

51

Int. Cl. 3:

G 01 N 35/00

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

B 01 L 3/02

DEUTSCHES PATENTAMT



DE 30 24 823 A 1

11

# Offenlegungsschrift 30 24 823

21

Aktenzeichen: P 30 24 823.8

22

Anmeldetag: 1. 7. 80

43

Offenlegungstag: 29. 1. 81

30

Unionspriorität:

32 33 31

13. 7. 79 V.St.v.Amerika 57541

54

Bezeichnung: Bemessungsvorrichtung

71

Anmelder: Technicon Instruments Corp., Tarrytown, N.Y. (V.St.A.)

74

Vertreter: Reichel, W., Dipl.-Ing.; Lippert, H., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte,  
6000 Frankfurt

72

Erfinder: Smythe, William J., Canterbury, Conn. (V.St.A.)

DE 30 24 823 A 1

BEST AVAILABLE COPY

TECHNICON INSTRUMENTS CORPORATION, Tarrytown, N.Y., VSta

Patentansprüche  
-----

1. Bemessungsvorrichtung für Fluidproben,  
g e k e n n z e i c h n e t d u r c h  
eine rohrförmige Sonde (9) mit einem Einlaß (10) und einer  
inneren und einer äußeren Oberfläche, eine Ansaugeinrich-  
tung (15) in Fluidverbindung mit der Sonde (9), eine Ein-  
richtung (14) zum Eintauchen wenigstens eines Abschnittes  
der Sonde (9) in aufeinanderfolgende wässrige Proben (11),  
eine Einrichtung (72, 75, 76) zum direkten Aufbringen eines  
Fluids (21) wenigstens auf den Abschnitt der Außenoberflä-  
che (71) der Sonde (9), der in die aufeinanderfolgenden  
Proben (11) eingetaucht wird, wobei das Fluid (21) unver-  
mischbar mit den aufeinanderfolgenden Proben (11) ist und die  
Sonde (9) unter stetigem Ausschluß der wässrigen Proben (9)  
benetzt, und eine Einrichtung zum Bewegen der Einrichtung  
(72, 75, 76, 90, 95) zum Aufbringen des Fluids und der  
Sonde (9) relativ zueinander, um eine dünne Filmschicht des  
Fluids (21) wenigstens auf den Abschnitt der Außenoberflä-  
che (71) der Sonde (9) aufzubringen.

2. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 1,  
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t ,  
daß die Sonde (9) ortsfest angebracht ist und daß die Bewe-  
gungseinrichtung derart wirksam ist, daß die Einrichtung  
(72, 75, 76, 90, 95) zum Aufbringen des Fluids (21) relativ  
zur Sonde (9) bewegt wird.

030065/0773

ORIGINAL INSPECTED

3. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung (72, 75, 76, 90, 95) zum Aufbringen des Fluids (21) von der Bewegungseinrichtung die Außenoberfläche (71) der Sonde (9) entlang über eine Entfernung bewegbar ist, so daß sie im wesentlichen am Einlassende der Sonde (9) auf- und abgeht.

4. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 2, gekennzeichnet durch einen Probenbehälter (12), der jeweils eine Probe (11) enthält, wobei die Eintauchvorrichtung so wirksam ist, daß sie jeden Probenbehälter (12) bewegt, um den Sondeneinlaß (10) in die Probe (11) einzutauchen.

5. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 4, gekennzeichnet durch einen Einstelltisch (17) zum aufeinanderfolgenden Bewegen jedes Probenbehälters (12) in bezug auf die ortsfest angebrachte Sonde (9) als Vorbereitung auf das Eintauchen der Sonde (9) in den Probenbehälter (12).

6. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Ansaugvorrichtung (15) so wirksam ist, daß sie wenigstens einen Luftschub zwischen dem Ansaugen aufeinanderfolgender Proben (11) ansaugt, wobei die unvermischbare Flüssigkeit (21) die Innenfläche der Sonde (9) unter stetigem Ausschluß der angesaugten Probe (11) und der Luftschübe benetzt.

7. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil des auf die Außenoberfläche der Sonde (9) aufgeführten Fluids sich um das Einlassende (10) der Sonde (9) herum ansammelt und daß die Ansaugvorrichtung (15) so wirksam ist, daß sie das angesammelte Fluid (79) ansaugt.

8. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Ansaugereinrichtung (15) so wirksam ist, daß sie diskontinuierlich ein gesteuertes Volumen einer jeden der aufeinanderfolgenden Proben (11) ansaugt, während die Sonde (9) in jede Probe (11) eingetaucht ist.

9. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Einrichtung (72, 75, 76, 90, 95) zum Aufbringen des Fluids konzentrisch um die Außenoberfläche (71) der Sonde (9) herum angeordnet ist.

10. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Einrichtung (72, 75, 76) zum Aufbringen des Fluids ein Gehäuse (75) aufweist, das einen Behälter (70) zur Aufnahme des Fluids aufweist, daß die Sonde (9) durch den Behälter (70) und eine Bohrung (76), die im Bodenabschnitt des Gehäuses (75) ausgebildet ist, hindurchgeht, wobei der Abstand zwischen den gegenüberliegenden Oberflächen der Bohrung (76) und der Sonde (9) derart ist, daß das Ausströmen des Fluids (21) aus dem Behälter (70) weitgehend verhindert wird.

11. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 10,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Bewegungseinrichtung so wirksam ist, daß sie die Sonde (9) axial entlang der Bohrung (76) bewegt.

12. Bemessungsvorrichtung für Fluidproben,  
g e k e n n z e i c h n e t   d u r c h  
eine rohrförmige Sonde (9) mit einem Einlaß (10) zum  
Eintauchen in aufeinanderfolgende Fluidproben (11),  
eine Ansaugereinrichtung (15) in Fluidverbindung mit  
der Sonde (9) zum Ansaugen von Schüben (19) der aufeinander-  
folgenden Fluidproben (11), eingeschlossen von Luftschüben  
(20), in die Sonde (9),  
eine Leitung, die mit der Sonde (9) verbunden ist und  
die Fluidprobenschübe (19) der Reihe nach von der Sonde (9)  
aufnimmt und  
eine Wähleinrichtung (25), die zwischen der Sonde (9)  
und der Leitung (26A) angeordnet ist zur aufeinanderfolgen-  
den Aufnahme der Probenschübe (19) und die zwischen einer  
ersten und einer zweiten Stellung wirksam ist, wobei die  
Wähleinrichtung (15) in der ersten Stellung in Fluidverbin-  
dung zwischen der Sonde (9) und der Ansaugereinrichtung (15)  
zur Aufnahme und Speicherung der aufeinanderfolgenden Pro-  
benschübe (11) steht und in der zweiten Stellung in Fluid-  
verbindung mit der Leitung (26A) steht, um die gespeicherten  
Probenschübe (19) der Reihe nach der Leitung (26A) zuzuführen.
13. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 12,  
d a d u r c h   g e k e n n z e i c h n e t ,  
daß die Wähleinrichtung (25) einen Rotor aufweist, der zwi-  
schen der ersten und der zweiten Stellung drehbar ist, wobei  
der Rotor eine Speicherröhre (27) bildet, und daß die Ansaug-  
einrichtung (15) so wirksam ist, daß ein luftumschlossener Pro-  
benschub (19) in der Speicherröhre (27) angeordnet wird, so  
daß die umschließenden Luftschübe (20) abgeschnitten werden,  
ohne den Probenschub (19) in dem Speicherrohr (27) zu beein-  
trächtigen, wenn der Rotor von der ersten in die zweite  
Stellung gedreht wird.

14. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Rotor in eine dritte Stellung drehbar ist, um die Speicherröhre (27) mit einer Entlüftungsöffnung (38) zur Druckverminderung in der Speicherröhre (27) zu verbinden.

15. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 12, gekennzeichnet durch eine Einrichtung längs der Leitung (26A) zum Verdünnen der aufeinanderfolgenden Probenschübe (19).

16. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 12, gekennzeichnet durch eine Reagenzien-Einrichtung (33) längs der Leitung (26A) zur Reaktion mit den aufeinanderfolgenden Probenschüben (19).

17. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 16, gekennzeichnet durch eine Analyse-Einrichtung (34) längs der Leitung (26A) zum Analysieren der Reaktion.

18. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 17, gekennzeichnet durch eine Einrichtung zum Hindurchschicken der reagierten aufeinanderfolgenden Probenschübe (19) als kontinuierlicher Durchfluß durch die Analyse-Einrichtung (34).

19. Bemessungsvorrichtung nach Anspruch 12, gekennzeichnet durch eine Einrichtung zum Zuführen eines unvermischbaren Fluids am Einlaß der Sonde (9), wobei das Fluid die Innenoberfläche der Sonde (9) unter stetigem Ausschluß der angesaugten Proben- und Luftschübe (19, 20) benetzt und die Ansaugereinrichtung (15) so wirksam ist, daß das unvermischbare Fluid angesaugt wird, wodurch die Proben- und Luftschübe (19, 20), die durch die Sonde (9) und die Leitung (26A) hindurchgeschickt werden, in dem Fluid eingeschlossen sind, wodurch die Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgenden Probenschüben (19) verhindert ist.

3024823

TECHNICON INSTRUMENTS CORPORATION, Tarrytown, N.Y. VStA

Bemessungsvorrichtung  
-----

Die Erfindung betrifft eine Bemessungsvorrichtung für Fluidproben. Insbesondere betrifft die Erfindung eine Bemessungsvorrichtung oder eine Dosiervorrichtung zum Ansaugen getrennter flüssiger bzw. wässriger Proben, entweder zur nachfolgenden Abgabe oder zum Weiterleiten an eine nach dem kontinuierlichen Durchflußprinzip arbeitende Analyseeinrichtung, wobei eine Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgend angesaugten Proben vermieden wird.

Bei den bisher bekannten Bemessungsvorrichtungen stellt die Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgend angesaugten flüssigen Proben ein großes Problem dar. Eine solche Verunreinigung kann beispielsweise von einem Rückstand herrühren, der von einer vorher angesaugten flüssigen Probe an der Sondenoberfläche haftengeblieben ist. Die Vermeidung der Verunreinigung ist dann von besonderem Interesse, wenn flüssige Proben in bestimmten Mengen aufeinanderfolgend zur Analyse von verschiedenen Bestandteilen angesaugt werden, wie es beispielsweise in den US-Patentschriften 3 241 432 und 3 479 141 beschrieben ist. In den dort offenbarten Vorrichtungen wird die Verunreinigung dadurch signifikant reduziert, daß ein Schub Waschflüssigkeit zwischen aufeinanderfolgenden Flüssigkeitsproben angesaugt wird, wobei benachbarte Proben durch eine Folge von Luft-Waschflüssigkeit-Luft-Schüben getrennt sind. Zu diesem Zweck wird die Ansaugsonde zwischen dem Eintauchen in aufeinanderfolgende Proben in einen Behälter mit Waschflüssigkeit eingetaucht, um die Verunreinigungen von den Innen- und Außenoberflächen der Sonde zu entfernen. In der US-Patentschrift 3 479 141 ist ferner offenbart, daß die Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgenden Probenflüssigkeiten in einer nach dem kontinuierlichen Durchflußprinzip

030065/0773

arbeitenden Analyseeinrichtung weitgehend reduziert werden kann, indem eine Flüssigkeit wie z.B. Siliconöl, die unvermischbar mit den wässerigen Proben ist und die Innenoberflächen des Leitungssystems benetzt, eingeführt wird. In diesem Fall sind die aufeinanderfolgenden Flüssigkeitsproben in das unvermischbare Fluid eingeschlossen und berühren nicht die Innenoberflächen der Leitung.

Auch bei Bemessungsvorrichtungen des Dispensertyps oder Austeiler- bzw. Abgabetyps wird die Ansaugsonde in aufeinanderfolgende Flüssigkeiten, entweder Proben oder Reagenzien, eingetaucht, die nacheinander und in genauen Mengen angesaugt und abgegeben werden. Das Austeilen wird durch die Verwendung eines Steuerfluids oder Pilotfluids bewerkstelligt, das zur "Rückspülung" der Verunreinigungen von den Innenoberflächen des Sonden Systems dient. Hierbei wird wieder eine mögliche Verschmutzung durch Rückstände an den Außenoberflächen der Sonde dadurch verhindert, daß die Sonde in einen Behälter mit Waschflüssigkeit eingetaucht wird, und die Sonde wird zur Entfernung von Verunreinigungen sowohl von den Innen- als auch Außenoberflächen der Sonde gespült. Diese Notwendigkeit, die Sondenoberflächen wirksam zu waschen, verringert notwendigerweise das Maß, in dem genaue Flüssigkeitsmengen angesaugt oder ausgeteilt werden können, und sie erfordert einen sehr komplizierten Sondenantriebsmechanismus.

Aus der US-PS 4 121 466 ist bekannt, daß eine unvermischbare Flüssigkeit, wie z.B. Siliconöl, über die Oberfläche der Ansaugsonde fließen kann, wobei die Flüssigkeit zwischen den aufeinanderfolgenden Proben angesaugt wird. Diese Flüssigkeit benetzt wahlweise die Innen- und Außenoberflächen der Sonde und die Innenoberflächen des Leitungssystems und verhindert die Ablagerung von Resten der wässerigen Proben an diesen Oberflächen. Diese bekannte Vorrichtung hat jedoch den Nachteil, daß das unvermischbare



Fluid zufällig verteilt und ungleichförmig über die Außenoberfläche der Sonde unter dem Einfluß der Schwerkraft entlangfließt. Diese Umhüllungstechnik ist nicht genau genug, um die erforderliche Stetigkeit und Gleichmäßigkeit der Filmschicht zu erreichen.

Aufgabe der Erfindung ist es, eine Bemessungsvorrichtung zu schaffen, die auch bei hoher Arbeitsgeschwindigkeit und kleiner Ausführung Kleinstmengen wässriger Fluide ansaugt, befördert und schnell abgibt, wobei schützende unvermischbare Fluide präziser und gleichförmiger reguliert auf die Sonden- und Leitungsoberflächen direkt aufgetragen werden. Dabei soll eine Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgenden Flüssigkeitsproben bei gleichzeitiger Verbesserung der Ansaugmenge verhindert werden.

Diese Aufgabe wird durch die im kennzeichnenden Teil des Hauptanspruchs angegebenen Merkmale gelöst. Dabei sieht die Erfindung die Zuführung von mehreren ein-lambda Gleichteilen von wässrigen Fluiden vor, wie beispielsweise Plasma oder ein Serum, mit einer Zuführungsmenge von einer Probe pro Sekunde. Um diesen genauen Durchflußparameter zu erreichen, benötigen die Sonde und die Leitungen erfindungsgemäß einen einheitlichen Überzug aus einem unvermischbaren Fluid in der Dicke von einigen Mikrometern. Die Aufbringung derartig kleiner Mengen von unvermischbarem Fluid auf die sehr kleine Sondenoberfläche erfordert eine extrem präzise Auftragung und Regulierung.

Die Erfindung betrifft somit eine Vorrichtung zum Bemessen oder Dosieren von wässrigen Proben wie Serum oder Plasma, wobei sie mit einer Ansaugsonde mit einem Einlaßende versehen ist. Eine Aufbring-Einrichtung umgibt direkt die Sonde, indem sie etwa an ihr anliegt, und trägt einen sehr dünnen, gleichmäßigen Film bzw. eine Filmschicht aus unvermischbarem Fluid auf die Außenoberfläche der Sonde auf.

Die Aufbring-Einrichtung wird relativ zur Sonde bewegt und bringt so die Filmschicht aus unvermischem Fluid auf die Außenoberfläche der Sonde auf. Ein Ansaugmechanismus ist mit der Sonde verbunden und saugt abwechselnd ein reguliertes Volumen einer wässrigen Probe, wenn die Sonde in die Probe eingetaucht ist, und Luft zusammen mit einer kleinen Menge unvermischbaren Fluids ein, das die Außenoberfläche der Sonde umhüllt, wenn die Sonde von der Probe zurückgezogen wird. Dementsprechend werden wechselweise Proben- und Luftschübe, die in das unvermischbare Fluid eingeschlossen sind, die Sonde entlangbewegt, wie weiter unten noch beschrieben wird. Ein Drehabsperrglied leitet die wässrigen Proben der Reihe nach von der Sonde zu einer Leitung zur Abgabe an beispielsweise eine Analyseinrichtung weiter. Während sich die wässrige Probe in dem Absperrglied befindet, ist sie von Luftschüben eingeschlossen, um ihre Unversehrtheit sicherzustellen und eine Verschmutzung zwischen aufeinanderfolgenden Proben, die durch das Absperrglied hindurchgehen, zu verhindern.

Demnach ist eine Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgenden wässrigen Proben in einer nach dem kontinuierlichen Durchflußprinzip arbeitenden Analyseinrichtung durch die sorgfältige und präzise Auftragung einer dünnen, gleichförmigen Filmschicht aus einem unvermischbaren Fluid auf die Außenoberflächen einer Ansaugsonde einer Bemessungs- oder Dosiervorrichtung ausgeschlossen. Das unvermischbare Fluid wird so ausgewählt, daß es die Innen- und Außenoberflächen der Sonde und die Innenwandflächen der Leitungen der Vorrichtung unter stetigem Ausschluß der wässrigen Proben benetzt. Das unvermischbare Fluid wird zusammen mit einem Luftschub zwischen dem Ansaugen aufeinanderfolgender Proben angesaugt, wobei die angesaugten Luft- und Proben-schübe in das unvermischbare Fluid eingeschlossen sind, während sie durch die Vorrichtung fließen. Ein Wählabsperrglied wird verwendet, um jede Fluidprobe zu isolieren und von der Sonde an die Vorrichtung weiterzuleiten.

Weitere Merkmale, Einzelheiten und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung einiger bevorzugter Ausführungsformen sowie an Hand der Zeichnung. Dabei zeigen:

F i g . 1a eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Bemessungsvorrichtung in einer Nicht-Ansaugposition;

F i g . 1b eine schematische Darstellung der Bemessungsvorrichtung in einer Proben-Ansaugposition;

F i g . 1c eine schematische Darstellung des Rotors der Bemessungsvorrichtung in einer Proben-Abgabeposition;

F i g . 1d eine schematische Darstellung des Rotors der Bemessungsvorrichtung in einer Entlüftungsposition;

F i g . 1e eine schematische Darstellung des Rotors der Bemessungsvorrichtung in einer Proben-Ansaugposition;

F i g . 1f einen vergrößerten Querschnitt durch die Sonde der Bemessungsvorrichtung gemäß Fig. 1a, der ein ausgebildetes Fließmuster aus angesaugter Probe, Luft und unvermischem Fluid zeigt;

F i g . 2a und 2b vergrößerte schematische Darstellungen der Aufbring-Einrichtung und der Sonde der Bemessungsvorrichtung;

F i g . 3 ein Zeitdiagramm der Bemessungsvorrichtung und

F i g . 4 und 5 schematische perspektivische Darstellungen anderer Ausführungsformen der Aufbring-Einrichtung gemäß den Fig. 2a und 2b.

In Fig. 1a ist die erfindungsgemäße Bemessungsvorrichtung oder Dosiervorrichtung schematisch dargestellt. Die Vorrichtung weist eine ortsfest angebrachte Sonde 9 mit einem Einlaßabschnitt 10 zum Eintauchen in eine wässrige Lösung 11 auf, die sich in einem Probenbehälter 12 befindet. Der Probenbehälter 12 ist auf einem unteren Schenkel 13 eines "C"-förmigen Trägers 14 aufruhend dargestellt.

Der Behälter 12 ist einer von mehreren Probenbehältern (nicht dargestellt), die jeweils in einer Ausnehmung 18 in einem Einstelltisch 17 gehalten sind. Der Tisch 17 wird periodisch so geschaltet, daß er jeden Behälter 12 unter die ortsfeste Sonde 9 bringt. Wenn der Behälter 12 unter die Sonde 9 eingestellt ist, ruht er auf dem Schenkel 13 des "C"-förmigen Trägers 14 auf (oder ist ein wenig darüber angeordnet).

Wenn der Behälter 12 eingestellt ist, wird der "C"-förmige Träger 14 nach oben bewegt, wie in Fig. 1b durch den Pfeil 16 angedeutet ist. Wenn der Träger 14 in diese höher gelegene Position bewegt wird, hebt der Schenkel 13 den Behälter 12 von dem Einstelltisch 17 an, so daß der Einlaß 10 der Sonde 9 in die Probe 11 in dem Behälter 12 eingetaucht wird. Die Probe 11 wird dann von dem Ansaugkolben 15 in den Einlaß 10 der Sonde 9 eingezogen.

Nachdem die Probe angesaugt ist, wird der "C"-förmige Träger 14 in seine ursprüngliche Position (Fig. 1a) abgesenkt, und ein neuer Probenbehälter 12 wird unterhalb der Sonde 9 angeordnet. Auf diese Weise werden Schübe 19 von Proben 11 nacheinander in den Einlaß 10 der Sonde 9 eingeführt. Der Kolben 15 arbeitet stufenweise, um das angesaugte Probenvolumen genau zu steuern, beispielsweise wird ein Lambda (Mikroliter) in die Sonde 9 eingezogen. Wenn die Sonde 9 nicht in einen Probenbehälter 12 eingetaucht ist,

arbeitet der Kolben 15 ferner stufenweise, um sowohl Luft als auch ein unvermisches Fluid anzusaugen, wobei das letztere auf die Außenfläche der Sonde 9 durch eine Aufbringeinrichtung oder einen Abstreifarm, der von der Bohrung 76 eines Gehäuses 75 (Fig. 2a und 2b) gebildet wird, aufgebracht wird, wie nachfolgend noch beschrieben wird. Die aufeinanderfolgenden Probenschübe 19 werden nacheinanderfolgend durch Luftschübe 20 und Schübe eines unvermischbaren Fluids 21 voneinander beabstandet, wobei das unvermischbare Fluid sowohl die Luftschübe als auch die Probenschübe umschließt, wie es im einzelnen in der US-Patentschrift 3 479 141 beschrieben ist. Auf diese Weise wird entlang der Sonde 9 ein ineinandergreifendes Fließmuster geschaffen, wie es in Fig. 1f dargestellt ist.

Ein drehbares Wählabsperrglied 25 ist in der Leitung 24 der Sonde 9 zwischen dem Ansaugkolben 15 und dem Sonden-einlaß 10 angeordnet. Eine Speicherröhre 27 ist in dem Rotor des Absperrgliedes 25 angeordnet und wirkt als Fluidverbindung zwischen der Sonde 9 und dem Ansaugkolben 15. Der Kolben 15 arbeitet in der Weise, daß der angesaugte Probenschub im wesentlichen in der Mitte der Speicherröhre 27 angeordnet ist. Das Wählabsperrglied 25 dient dazu, jede der aufeinanderfolgenden Probenschübe 19, die in die Sonde 9 angesaugt sind, unverseht zur Leitung 26a zu überführen, die in Fluidverbindung mit der Analyseanordnung 34 steht. Jeder Probenschub 19 ist, wenn er sich in der Speicherröhre 27 befindet, zwischen zwei anliegende Schübe aus unvermischem Fluid 21 und Luftschüben 20 eingeschoben. Die benachbarten Luftschübe 20 werden abgeschnitten, wenn der Rotor des Absperrgliedes 25 gedreht wird, und sie belassen den Probenschub 19 isoliert aber intakt in der Speicherröhre 27 des Absperrgliedes 25, wodurch eine Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgenden Probenschüben verhindert wird.

Das Absperrglied 25 dreht sich im Uhrzeigersinn von der in Fig. 1a dargestellten Position der Reihe nach in zwei andere Stellungen, die mit "1" (Fig. 1b) und "2" (Fig. 1c) bezeichnet sind, wobei die zwei Luftschübe 20 abgeschnitten werden, die sich über den Rand der Speicherröhre 27 erstrecken und den Probenschub in der Speicherröhre 27 isolieren. In der Stellung "2" (Fig. 1c) wirkt die Speicherröhre 27 als Brücke für die Leitung 26 und den Auslaßkolben 29, der so arbeitet, daß er den Probenschub zusammen mit den umgebenden Luftschüben die Leitung 26a entlangpumpt, wie durch den Pfeil 30 in Fig. 1c dargestellt ist. Nachdem jeder Probenschub 19 in die Leitung 26A befördert ist, wird er periodisch durch das Einpumpen der nachfolgenden Probenschübe vorwärts bewegt, bis er den Verbindungspunkt A erreicht, wo er in einen fortlaufenden Strom eines Verdünnungsmittels aus einer Zusatzeinführungsleitung 32 einmündet, die in Fluidverbindung mit der Leitung 26 steht, wie in den Fig. 1a und 1b dargestellt ist. Die Länge der Leitung 26A ist so gewählt, daß sichergestellt ist, daß jeder Probenschub 19, der die Verbindungsstelle A erreicht, schnell in den fortlaufenden Strom des Verdünnungsmittels aufgenommen werden kann. Der verdünnte Probenschub 19 wird die Leitung 26A entlanggeführt, und ein Reagenz- oder Zusatzmittel wird der Probe von einem Reagenzmittelbehälter 33 zugesetzt, um mit ihr in bezug auf eine bestimmte Analyse zu reagieren, wobei diese Reaktion bei der Analyseanordnung 34 untersucht wird.

Nach jedem Ausstoß eines Probenschubes 19 aus dem Drehabsperrglied 25 in die Leitung 26A wird das Drehabsperrglied 25 in die Position "1" gedreht und der Auslaßkolben 29 wird auf atmosphärischen Druck zurückgeführt. In dieser Stellung steht die entleerte Speicherröhre 27 in Verbindung mit der Entlüftungsöffnung 38, wodurch jeglicher Druck in der Röhre 27 normalisiert wird, bevor das Absperrglied 25 in die Ansaugposition zurückkehrt, wie in Fig. 1 dargestellt

ist, um den nächsten Probenschub 19 aufzunehmen.

Die Arbeitsfolge zwischen der Bewegung des Behälters 12, dem Ansaugen der Schübe von unvermischem Fluid, Luft und Proben, die Arbeitsweise des Drehabsperrgliedes 25 und das Einpumpen der Probenschübe 19 aus dem Absperrglied 25 in die Leitung 26A sind in dem Zeitdiagramm der Fig. 3 dargestellt.

Das Zeitdiagramm der Fig. 3 zeigt fünf anschauliche Zeitlinien 40, 41, 42, 43 und 44. Die Linie 44 zeigt den Bewegungszyklus des Behälters 12, und die Linie 42 stellt den Probenansaugzyklus dar. Wenn der Behälter 12 sich in der angehobenen Position befindet (Fig. 1b), dann wird die Probe 11 in dem Behälter 12 angesaugt, wie durch die Linie 42a dargestellt ist. Gleichzeitig befindet sich das Drehabsperrglied in der Ansaugstellung "3". Wenn der Probenschub 19 durch die Sonde 9 angesaugt ist, wird der Behälter 12 abgesenkt, wie in Linie 44 dargestellt ist. Gleichzeitig mit dem Absenken des Behälters werden ein Luftschub und ein kontrolliertes Volumen von unvermischem Fluid angesaugt, was durch die Linie 42b dargestellt ist.

Nachdem ein Probenschub 19, ein Luftschub 20 und ein Schub unvermischbaren Fluids 21 in die Sonde 9 eingesaugt sind, wird das Drehabsperrglied 25 von der Position "3" in die Position "2" geschaltet und damit in Fluidverbindung mit der Leitung 26, wie es in Linie 41 dargestellt ist. Der Probenschub 19, der Luftschub 20 und der Schub aus unvermischem Fluid 21, die vorausgehend angesaugt wurden, verdrängen einen vorher angesaugten Probenschub 19 mit umgebendem Luftschub und Schub aus unvermischem Fluid 20 und 21 von der Sonde 9 in das Absperrglied 25, so daß sie in der Speicherröhre 27 des Absperrgliedes 25 zum Einpumpen in die Leitung 26A angeordnet sind. Das Einpumpen des Probenschubes 19, der so angeordnet ist, in die Leitung 26A ist durch den Auslaßzyklus oder Ausstoßzyklus des Kolbens 29 in

Linie 40 dargestellt.

Wenn der Probenschub 19 in die Leitung 26A eingepumpt ist, wird das Drehabsperrglied 25 in die Position "1" (Linie 41) zur Entlüftung geschaltet (Linie 43), und die Kolben 29 und 15 werden zurückversetzt. Die Leitung 26 wird durch die Öffnung 26b in dem Absperrglied 25 (Fig. 1d) unter Druck gesetzt, um zu verhindern, daß eine nachfolgend angesaugte Probe in die Leitung 26 einfließt, wenn das Absperrglied 25 in die Position 2 geschaltet ist (Fig. 1c). Während der Entlüftung wird jeglicher Druck in der Speicherröhre 27 auf atmosphärischen Druck über die Entlüftungsöffnung 38 reduziert. Wenn die Entlüftung beendet ist, kehrt das Drehabsperrglied 25 in die Position "3" zurück, und ein nächster Probenbehälter 12 wird angehoben, um die Sonde 9 (Linie 44) einzutauchen und einen nächsten Probenansaugzyklus einzuleiten.

Es wird nun auf die Fig. 2a und 2b Bezug genommen, die vergrößerte Querschnitte des Ölaufbringungsmechanismus sind, durch den eine dünne, regulierte Schicht eines unvermischbaren Fluids, wie beispielsweise Siliconöl, auf die Außenoberfläche der Sonde 9 aufgebracht wird. Der Aufbringungsmechanismus weist einen Behälter 70 für das unvermischbare Fluid auf, das durch die Leitung 73 (Pfeil 74) zugeführt wird. Der Behälter 70 ist durch eine Bohrung 72 in dem Gehäuse 75 gebildet, das einstückig in dem "C"-förmigen Träger 14 ausgebildet ist.

Die Sonde 9 ist axial durch die Bohrung 72 und den Behälter 70 mit einer noch kleineren Bohrung 76 ausgerichtet, die in dem Boden des Gehäuses 75 ausgebildet ist. Der Abstand zwischen der Bohrung 76 und der Außenoberfläche 71 der Sonde beträgt nur wenige 1000stel Zentimeter (ein kapillarähnlicher Sitz). Auf diese Weise gibt es, wenn überhaupt, nur einen minimalen Fluß des unvermischbaren Fluids in dem Behälter 70 an den Außenseiten (Außenoberflächen) 71



der Sonde 9 hinunter als Folge der Schwerkraft, aber im wesentlichen wird das unvermischbare Fluid in der Bohrung 76 zurückbehalten. Wegen des kapillar-ähnlichen Sitzes bildet das unvermischbare Fluid, beispielsweise Öl, einen Meniskus an der Unterkante 78 des Gehäuses 75 und den gegenüberliegenden Oberflächenabschnitten der Sonde 9. Um ein Überlaufen aus der Bohrung 72 zu verhindern, wird das unvermischbare Fluid dem Behälter 70 in geeigneter Menge zugeführt.

Das unvermischbare Fluid wird auf die Außenoberfläche 71 der Sonde 9 durch eine Abstreifwirkung der Oberfläche der Bohrung 76 an der Außenfläche 71 der ortsfest angebrachten Sonde 9 während der relativen Bewegung der Sonde und der Bohrung 76 des Gehäuses 75 aufgebracht.

In Fig. 2a ist das Gehäuse 75, das einstückig mit dem "C"-förmigen Träger 14 ausgebildet ist, in seiner unteren Stellung der Arbeitsbewegung bezüglich der ortsfest angebrachten Sonde 9 dargestellt. Wenn eine Probe 11 angesaugt werden soll, wird der Träger 14 angehoben (Pfeil 80), wodurch eine dünne, gleichförmige Filmschicht 69 aus dem unvermischbaren Fluid über die Außenoberfläche 71 der Sonde 9 abgestreift wird, wie dies in Fig. 2b dargestellt ist.

Der Behälter 12, der auf dem unteren Schenkel 13 des Trägers 14 aufruhrt, wird gleichzeitig mit dem Abstreifen des unvermischbaren Fluids an der Sonde 9 angehoben, wodurch der Einlaß 10 der Sonde 9 in die Probe 11 eingetaucht wird. Auf diese Weise wird vor dem Ansaugen einer jeden Probe die Außenoberfläche 71 der Sonde 9 mit einer frischen Filmschicht 69 des unvermischbaren Fluides versehen, wodurch verhindert wird, daß sich Teile der wässrigen Lösung 11 an der Oberfläche absetzen, an ihr anhaften oder sie anderweitig verunreinigen. Da die Sonde 9 in die Probe 11 eingetaucht wird, wird ein Teil der Filmschicht 69 des unvermischbaren Fluids, das an der Oberfläche 71 aufgeschichtet ist, abge-

strichen, aber nicht vollständig von der Sonde 9 durch die bei dem Eintauchen auftretende Abstreifwirkung entfernt. Es bildet sich eine Lache 77 aus abgestreifter unvermischbarer Flüssigkeit um die Sonde 9 als Folge des Zusammenspiels der Oberflächenkräfte der Fluide untereinander und in Kombination mit den Benetzungskräften des unvermischbaren Fluids bezüglich der Sondenoberfläche. Wenn der Probenbehälter 12 von der Sonde 9 dadurch zurückgezogen wird, daß die Stütze 14 abgesenkt wird (Pfeil 81), dann bildet diese Lache 77 ein kleines Tröpfchen 79 aus unvermischem Fluid über dem Einlaß 10 der Sonde 9, wodurch es das Sondenmaterial in vorteilhafter Weise unter stetigem Ausschluß der wässerigen Probe benetzt.

Die Bildung des Tröpfchens 79 wird ferner dadurch unterstützt, daß unvermisches Fluid die Oberfläche 71 als Folge der nach unten gerichteten Abstreifwirkung der Bohrung 76 in geringen Mengen nach unten fließt.

Wenn Luft in den Sondereinlaß 10 angesaugt wird, dann wird auch das Tröpfchen 79 aus unvermischem Fluid in die Sondenleitung 24 eingezogen. Das angesaugte unvermischbare Fluid hat eine Affinität zur Sondenoberfläche mit der Folge des Ausschlusses der Luft- und Probenschübe, und es überzieht die Innenwände der Leitung 24, so daß die nachfolgenden Luft- und Probenschübe in das unvermischbare Fluid eingeschlossen sind. Die eingeschlossenen bzw. eingehülsten Luft- und Probenschübe 19 und 20 werden so daran gehindert, die Leitungsoberflächen zu berühren, und es kann keine Verunreinigung zwischen aufeinanderfolgenden Probenschüben 19 auftreten.

In Fig. 4 ist eine andere Ausführungsform zum Aufbringen einer Filmschicht 69 aus unvermischem Fluid auf die Oberfläche 71 einer Sonde 9 dargestellt. Anstelle des Behälters 70 und der Bohrung 76 umgibt ein kleiner, hohler Ring 90 die Sonde 9, wobei der Ring einstückig mit dem Trä-

3024823

ger 14 ausgebildet ist. Der Ring 90 hat kleine Düsenöffnungen oder Austrittsöffnungen 92, die in seiner Innenwand 91 ausgebildet sind. Das unvermischbare Fluid wird durch die bereits erwähnte Leitung 73 dem Ring 90 zugeführt, der einen sehr feinen Nebel aus unvermischem Fluid in sehr genauer Weise auf die Sondenoberfläche 71 richtet. Der Zufluß des unvermischbaren Fluids durch die Leitung 73 ist so gesteuert, daß eine genau bestimmte Menge des unvermischbaren Fluides auf die Außenfläche 71 der Sonde 9 aufgesprüht wird, so daß das Fluid nicht die Außenoberfläche 71 der Sonde aufgrund der Schwerkraft herabfließt. Der Zufluß des unvermischbaren Fluids durch die Leitung 73 kann diskontinuierlich erfolgen, so daß die Sondenoberfläche 71 nur während der Aufwärtsbewegung des Trägers 14 besprüht wird.

Eine andere Ausführungsform eines Aufbringungsmechanismus ist in Fig. 5 dargestellt und zeigt eine Schwammscheibe 95, die die Oberfläche 71 der Sonde 9 umgibt und an ihr anliegt und einstückig mit dem Träger 14 ist. Die Schwammscheibe 95 ist mit unvermischem Fluid aus der bereits erwähnten Leitung 73 gefüllt und satt getränkt, und saugt das unvermischbare Fluid gründlich auf, um die Oberfläche 71 der Sonde 9 mit einer sehr genauen Filmschicht aus unvermischem Fluid zu überziehen, wenn sie relativ zur Oberfläche 71 der Sonde 9 bewegt wird. Wie in dem in Fig. 4 dargestellten Ausführungsbeispiel kann der Zufluß des unvermischbaren Fluides durch die Leitung 73 diskontinuierlich erfolgen.

Die Außenoberfläche 71 der Sonde 9 enthält eine Teflonverbindung, die mit dem unvermischbaren Fluid verträglich ist und eine Affinität zu dieser hat, wobei das unvermischbare Fluid ein Siliconöl oder ein Fluorkohlenstofföl sein kann.

Fl/Gu

030065/0773

FIG. 1a

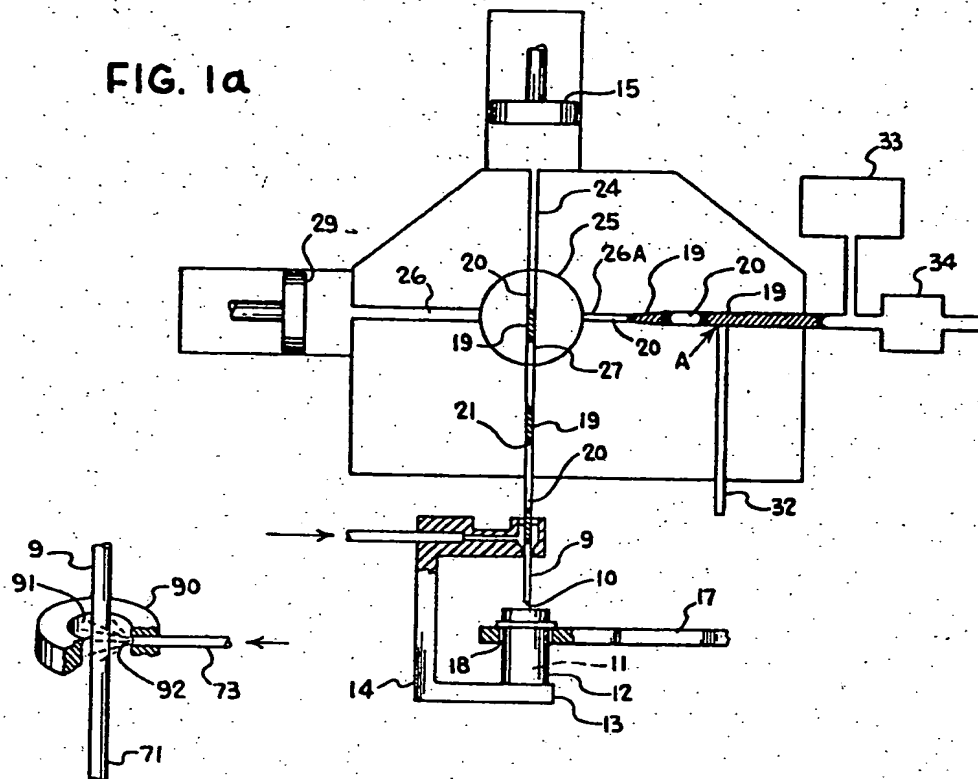
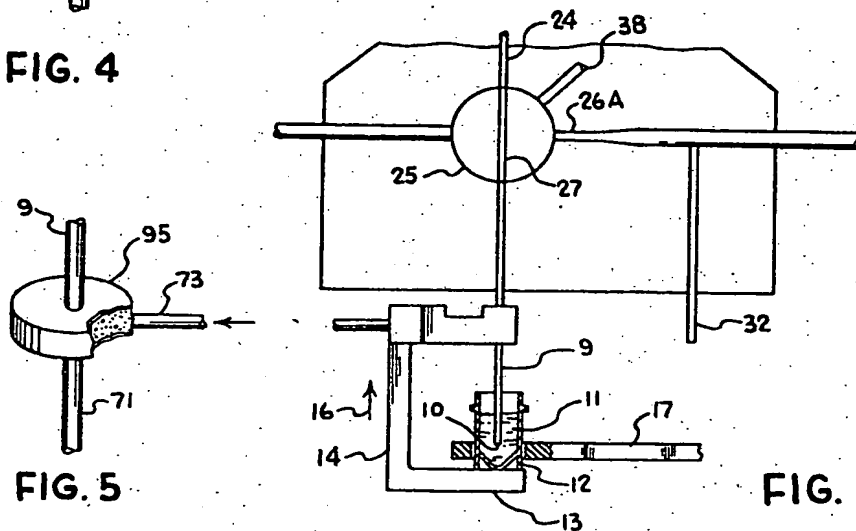


FIG. 4



**FIG. 5**

**FIG. 1b**

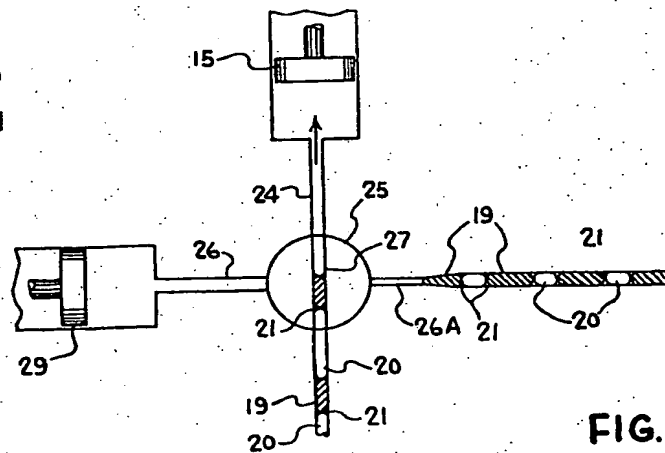
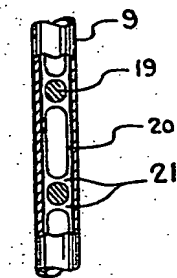
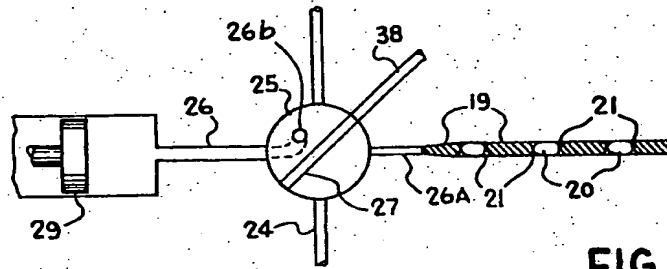
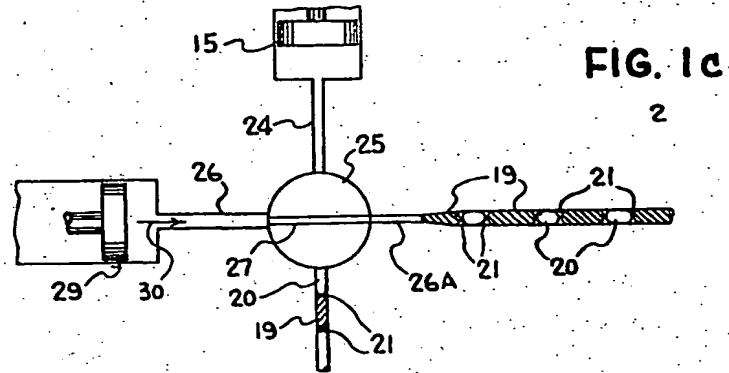


FIG. 3

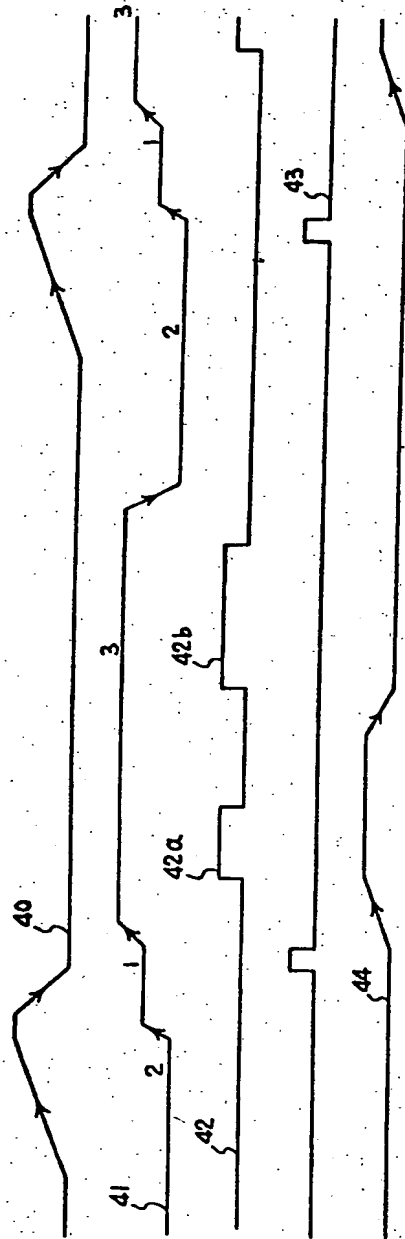


FIG. 2b

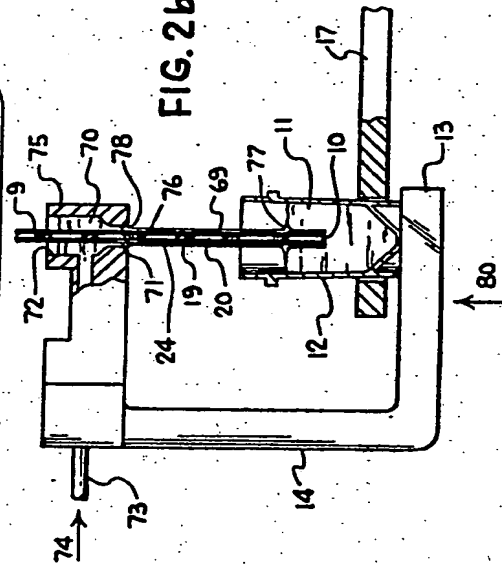
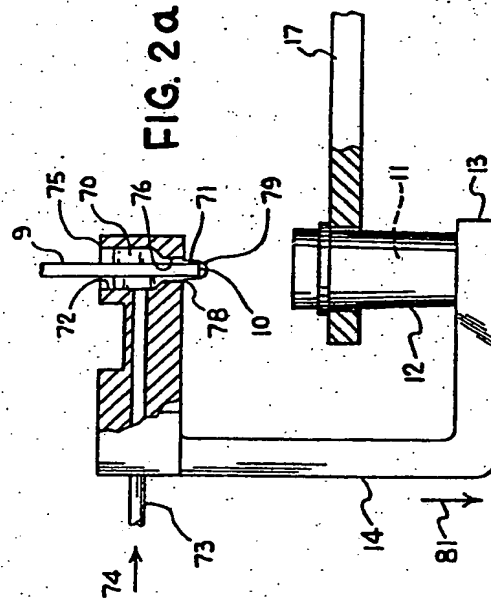


FIG. 2a



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**